Structure fine de rayons X caractéristiques d'une anode en molybdène

Objectifs expérimentaux

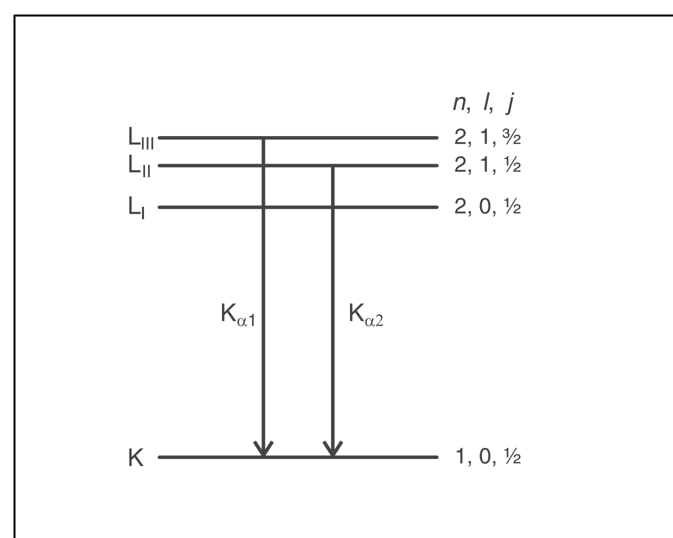
- Etude du rayonnement X caractéristique du molybdène par réflexion de Bragg sur un monocristal de NaCl dans le cinquième ordre de diffraction.
- Identification des raies caractéristiques K_α, K_β et K_γ.
- Décomposition de la structure fine de la raie K_α en doublet de raies et détermination de la différence de longueur d'onde $\Delta\lambda$ dans le doublet.

Notions de base

En regardant bien, on se rend compte que les raies caractéristiques K_α et K_β du rayonnement X du molybdène s'avèrent être des doublets. Ces deux doublets peuvent être décomposés par réflexion de Bragg du rayonnement sur un monocristal de NaCl, si on mesure dans un ordre de diffraction supérieur. Ils n'ont toutefois pas la même nature physique.

Le doublet K_β se compose de la raie K_β pure, donc de transitions d'atomes excités de la couche M à la couche K et de la raie K_γ, donc de transitions de la couche N à la couche K. La différence de longueur d'onde $\Delta\lambda$ entre les deux raies vaut seulement 1,2 pm (voir tab. 1), celles-ci ne peuvent donc être observées qu'avec une bonne résolution.

Fig. 1 Schéma pour l'étude de la structure fine de la raie caractéristique K_α



Tab. 1: Energies de transition *E*, longueurs d'onde λ et fractions relatives des raies caractéristiques K_α, K_β et K_γ du molybdène (valeurs moyennes pondérées selon [1])

	$\frac{E}{\text{keV}}$	$\frac{\lambda}{\text{pm}}$	fraction relative
K_α	17,44	71,08	1,000
K_β	19,60	63,26	0,170
K_γ	19,97	62,09	0,027
Doublet $K_\beta + K_\gamma$	19,65	63,09	

La structure fine de la raie K_α est due à la structure fine de la couche L et donc finalement au couplage spin-orbite des électrons. En effet, la couche L est constituée de trois sous-niveaux désignés par L_I, L_{II}, et L_{III} en spectroscopie à rayons X. Des transitions de ces niveaux vers la couche K avec l'émission de rayonnement X sont soumises aux règles de sélection

$$\Delta l = \pm 1, \Delta j = 0, \pm 1 \qquad \text{(I)}$$

pour le changement du moment angulaire orbital *l* et du moment angulaire total *j* lors de la transition. Deux transitions de la couche L sont donc permises vers la couche K, celles-ci étant désignées par $K_{\alpha1}$ et $K_{\alpha2}$ (voir fig. 1). Pour le molybdène, on trouve dans la littérature les données figurant dans le tab. 2. La différence de longueur d'onde au sein du doublet K_α vaut alors seulement $\Delta\lambda$ = 0,43 pm.

Tab. 2: Longueurs d'onde λ (calculées d'après les valeurs littéraires [1] pour les énergies de transition) et fractions relatives du rayonnement K_α du molybdène

Raie	$\frac{\lambda}{\text{pm}}$	fraction relative
$K_{\alpha1}$	70,93	1,000
$K_{\alpha2}$	71,36	0,525

0308-Ste

Matériel

1 appareil à rayons X 554 811

1 tube compteur à fenêtre
pour rayonnements α, β, γ et X 559 01

Supplément:

1 PC avec Windows 95/98 ou Windows NT

Le but de l’expérience est la décomposition de cette structure fine par réflexion de Bragg sur un monocristal de NaCl dans des ordres de diffraction supérieurs.

D’après la loi de la réflexion de Bragg, il existe le rapport

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin\vartheta \quad \text{(II)}$$

n: ordre de diffraction,
d = 282,01 pm: écartement des plans du réseau du NaCl

entre la longueur d’onde λ du rayonnement caractéristique incident et l’angle de brillance ϑ en-dessous duquel il faut s’attendre à un maximum d’intensité.

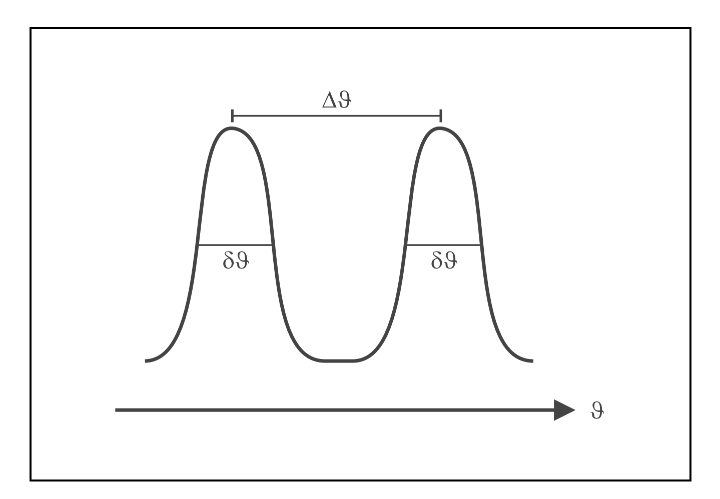


Fig. 2 Etude de la définition de la largeur angulaire δϑ et de la distance angulaire Δϑ entre deux maxima d’intensité

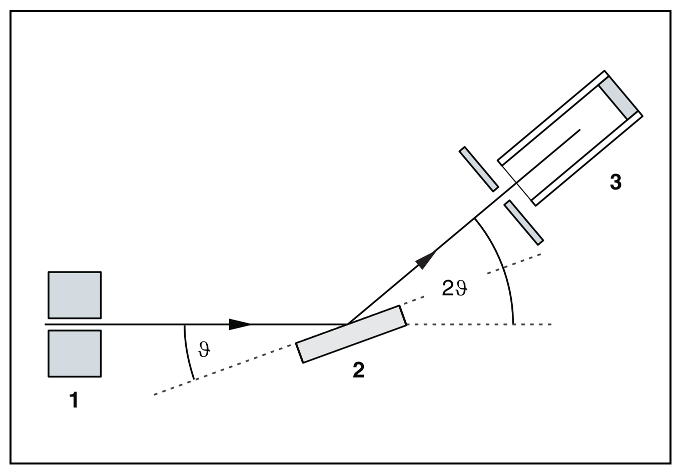


Fig. 3 Schéma de principe pour la diffraction de rayons X sur un monocristal **1** collimateur, **2** monocristal, **3** tube compteur

Conseils de sécurité

L’appareil à rayons X respecte les consignes relatives à la construction d’un appareillage à rayons X pour l’enseignement et d’un appareil à protection totale et est homologué en tant que tel (d’après le règlement allemand sur les rayonnements X).

Grâce aux mesures de protection et de blindage incorporées par le constructeur, le taux de dose hors de l’appareil est réduit à moins de 1 µSv/h, une valeur d’un ordre de grandeur correspondant à la dose d’irradiation naturelle.

- Avant la mise en service, s’assurer du bon état de l’appareil à rayons X et vérifier que la haute tension est bien coupée à l’ouverture des portes coulissantes (voir mode d’emploi de l’appareil à rayons X).
- Tenir l’appareil à rayons X à l’abri des personnes non autorisées.

Eviter une surchauffe de l’anode dans le tube à rayons X Mo.

- A la mise en marche de l’appareil à rayons X, vérifier si le ventilateur dans la partie tube fonctionne.

Le goniomètre s’ajuste exclusivement par le biais de moteurs pas à pas électriques.

- Ne bloquer ni le bras de cible, ni le bras de capteur du goniomètre et ne pas modifier le réglage par force.

A la différence de longueur d’onde Δλ de deux raies correspond donc une distance angulaire

$$\Delta\vartheta = \frac{n \cdot \Delta\lambda}{2 \cdot d \cdot \cos\vartheta} \quad \text{(III)},$$

qui augmente avec l’ordre de diffraction. Il faut distinguer la largeur angulaire δϑ d’un maximum d’intensité de la distance angulaire Δϑ. Elle devrait être inférieure à la distance angulaire afin que les deux raies puissent s’observer séparément (voir fig. 2). La largeur angulaire est déterminée par la fente d’admission du tube compteur (voir fig. 3), par son écartement du cristal ainsi que par la divergence du rayon X incident et reste constante même pour des ordres de diffraction supérieurs. C’est ainsi que la décomposition du doublet K_α est possible dans l’ordre de diffraction *n* = 5.

Montage

Réalisation de la disposition de Bragg:

Certains détails importants pour le montage expérimental sont représentés sur la fig. 4. La marche à suivre est la suivante (voir aussi mode d’emploi de l’appareil à rayons X):

- Placer le collimateur dans le logement du collimateur **(a)** (faire attention à la rainure de guidage).
- Fixer le goniomètre sur les barres de guidage **(d)** de manière à avoir une distance s_1 d'environ 5 cm entre le diaphragme à fente du collimateur et le bras de cible. Enficher le câble plat **(c)** pour la commande du goniomètre.
- Enlever le capuchon protecteur du tube compteur à fenêtre, placer le tube compteur à fenêtre dans le logement du capteur **(e)** et brancher le câble du tube compteur à la douille GM-Tube.
- En déplaçant le porte-capteur **(b)**, régler une distance s_2 d'environ 6 cm entre le bras de cible et le diaphragme à fente du logement pour capteur.

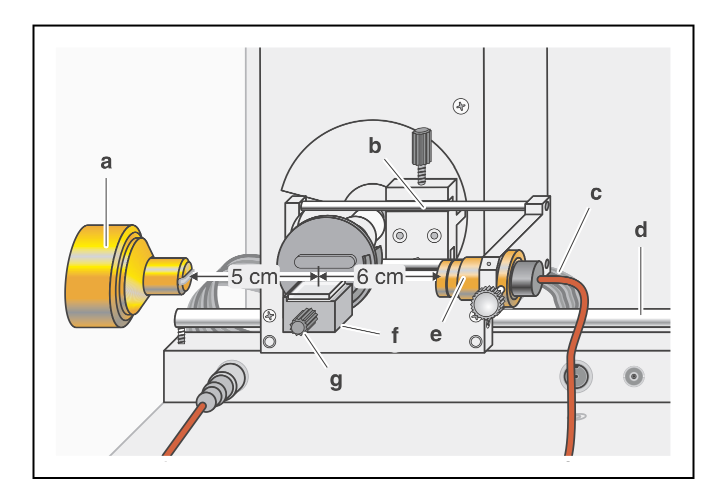


Fig. 4 Montage expérimental en disposition de Bragg

- Monter le porte-cible avec le plateau pour cible **(f)**.
- Desserrer la vis moletée **(g)**, poser le cristal de NaCl à plat sur le plateau pour cible, soulever prudemment le plateau pour cible avec le cristal jusqu'à la butée et serrer la vis moletée en faisant bien attention (visser bien dans l'axe).
- Eventuellement ajuster la position zéro du goniomètre (voir mode d'emploi de l'appareil à rayons X).

N.B.:

Les cristaux de NaCl sont hygroscopiques et fragiles:

Ranger le cristal dans un endroit aussi sec que possible, éviter si possible toute sollicitation mécanique sur le cristal, ne s'emparer du cristal que par les fronts.

Si le taux de comptage est trop faible, la distance s_2 entre la cible et le capteur peut être légèrement réduite mais elle ne doit pas être trop petite sous peine d'avoir une résolution angulaire du goniomètre qui ne suffirait plus.

Préparation de l'acquisition des valeurs mesurées avec le PC:

- Relier la sortie RS232 et le port série du PC (en principe COM1 ou COM2) via le câble V24 à 9 pôles (livré avec l'appareil à rayons X).
- Eventuellement installer le programme «Appareil à rayons X» sous Windows 95/98/NT (voir mode d'emploi de l'appareil à rayons X) puis sélectionner la langue désirée.

Réalisation

- Lancer le programme «Appareil à rayons X», s'assurer que l'appareil à rayons X est bien branché et éventuellement effacer les données de mesure existantes avec le bouton ou la touche F4.
- Sélectionner une haute tension du tube U = 35 kV, un courant d'émission I = 1,00 mA et un pas de progression angulaire $\Delta\beta$ = 0,1°.
- Activer le bouton-poussoir Coupled pour le couplage 2ϑ de la cible et du capteur.

a) Premier ordre de diffraction:

- Pour le tracé du premier ordre de diffraction, régler la valeur limite inférieure de l'angle de la cible sur 5,5°, la valeur limite supérieure sur 8,0° et sélectionner un temps de mesure par pas angulaire Δt = 10 s.
- Actionner le bouton-poussoir SCAN pour lancer la mesure et le transfert des données vers le PC.
- Après avoir terminé la mesure pour la représentation du taux de comptage en fonction de la longueur d'onde, ouvrir la fenêtre de dialogue avec le bouton ou la touche F5 et inscrire l'écartement des plans du réseau du NaCl.
- Enregistrer la série de mesures sous un nom approprié avec le bouton ou la touche F2.

b) Cinquième ordre de diffraction:

- Pour le tracé du cinquième ordre de diffraction, régler la valeur limite inférieure de l'angle de la cible sur 32,5°, la valeur limite supérieure sur 40,5° et sélectionner un temps de mesure par pas angulaire Δt = 400 s.

N.B.: A cause de la faiblesse du taux de comptage à laquelle on peut s'attendre, un temps de mesure quant à lui plutôt long est nécessaire pour une précision statistique satisfaisante. La mesure dure en tout 9 heures avec ce réglage.

- Actionner le bouton-poussoir SCAN pour lancer la mesure et le transfert de données vers le PC.
- Après avoir terminé la mesure pour la représentation du taux de comptage en fonction de la longueur d'onde, ouvrir la fenêtre de dialogue avec le bouton ou la touche F5 et inscrire l'écartement des plans du réseau du NaCl.
- Enregistrer la série de mesures sous un nom approprié avec le bouton ou la touche F2.

Exemple de mesure

La fig. 5 montre le spectre de diffraction mesuré dans le premier ordre, la fig. 6 celui mesuré dans le cinquième ordre de diffraction.

a) Premier ordre de diffraction:

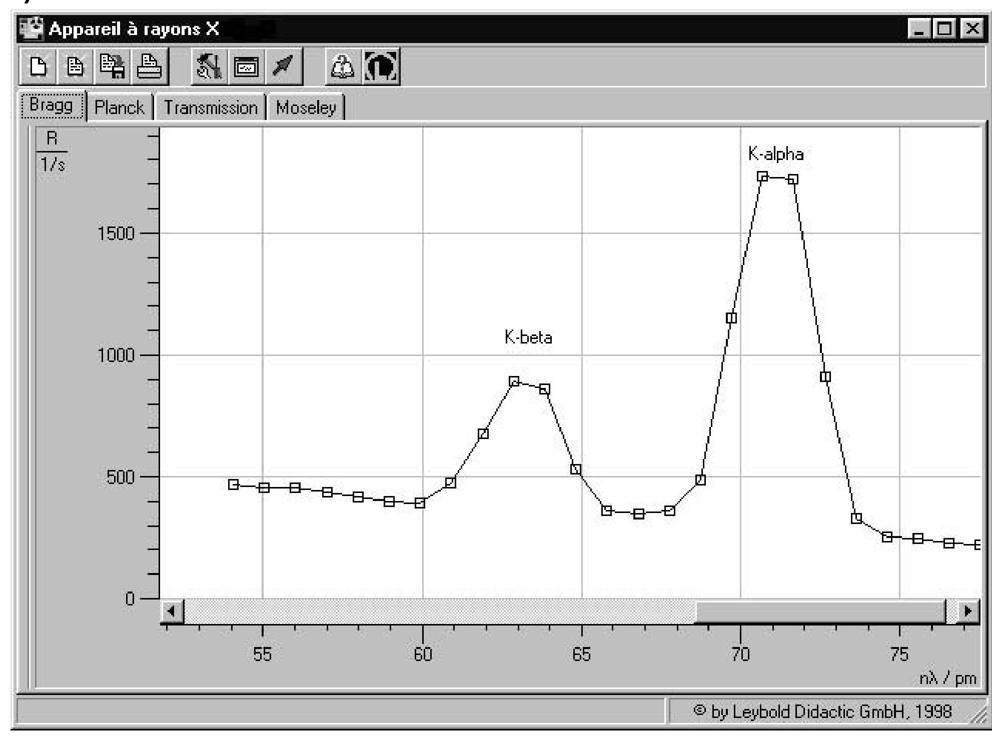


Fig. 5 Spectre de diffraction du rayonnement X avec la réflexion de Bragg dans le premier ordre sur un monocristal de NaCl Paramètres: U = 35 kV, I = 1 mA, Δt = 10 s

b) Cinquième ordre de diffraction:

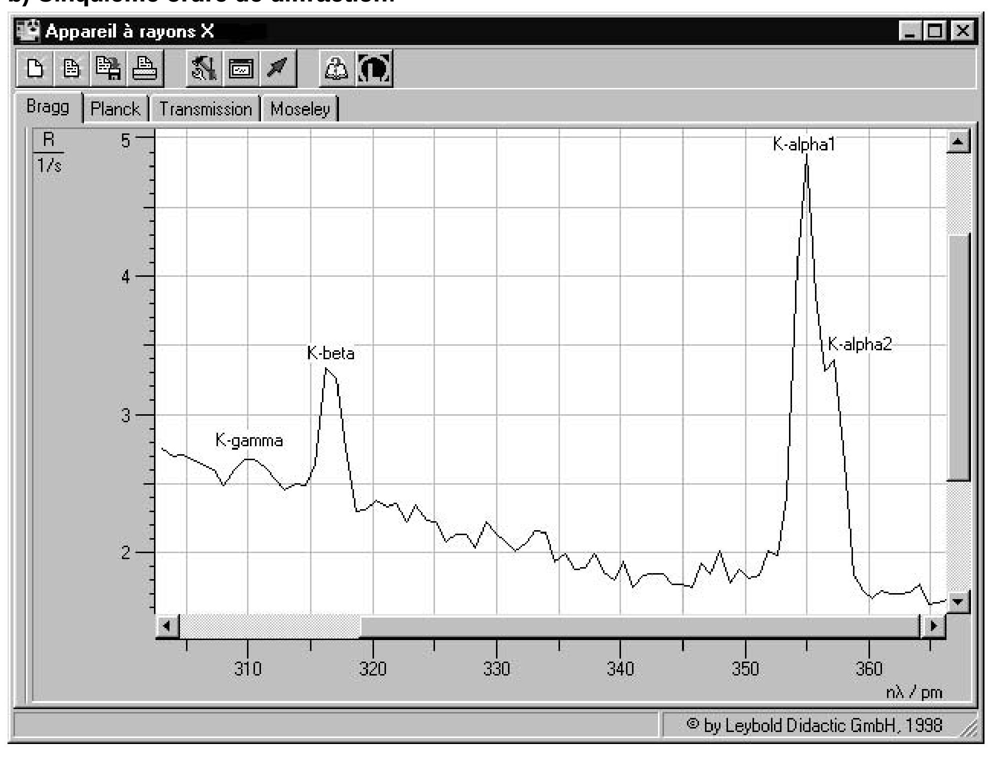


Fig. 6 Spectre de diffraction du rayonnement X avec la réflexion de Bragg dans le cinquième ordre sur un monocristal de NaCl Paramètres: U = 35 kV, I = 1 mA, Δt = 400 s

Exploitation

– Appeler les possibilités d'exploitation du programme «Appareil à rayons X» en cliquant dans la fenêtre du graphe avec le bouton droit de la souris et activer «Afficher les coordonnées».
– Amener le pointeur de la souris sur les pics et relever les valeurs correspondantes $n \cdot \lambda$ au coin en bas à gauche de la fenêtre d'exploitation.

a) Premier ordre de diffraction:

Tab. 3: Résultats de mesure du premier ordre de diffraction et valeur littéraire pour les longueurs d'onde caractéristiques (cf. tab. 1)

	Résultat de mesure	valeur littéraire
Doublet de raies	$\frac{\lambda}{\text{pm}}$	$\frac{\lambda}{\text{pm}}$
K_α	71,0	71,08
$K_\beta + K_\gamma$	63,1	63,09

b) Cinquième ordre de diffraction:

Tab. 4: Résultats de mesure du cinquième ordre de diffraction et valeur littéraire pour les longueurs d'onde caractéristiques (cf. tab. 1 et 2)

	Résultat de mesure		valeur littéraire
Raie	$\frac{5 \cdot \lambda}{\text{pm}}$	$\frac{\lambda}{\text{pm}}$	$\frac{\lambda}{\text{pm}}$
$K_{\alpha 1}$	355	71,0	70,93
$K_{\alpha 2}$	357	71,4	71,36
K_β	316,7	63,34	63,26
K_γ	310,3	62,06	62,09

Dédoublement du doublet K_α:

$\Delta\lambda = 0{,}4$ pm Valeur littéraire: $\Delta\lambda = 0{,}43$ pm

Dédoublement du doublet $K_\beta + K_\gamma$:

$\Delta\lambda = 1{,}28$ pm Valeur littéraire: $\Delta\lambda = 1{,}17$ pm

Résultat

Les raies caractéristiques K_α et K_β visibles dans le premier ordre de diffraction se décomposent en doublets. Le dédoublement peut être observé dans le cinquième ordre de diffraction.

La structure fine du doublet K_α est due à la structure fine de la couche L. Le doublet K_β se compose de la raie K_β pure et de la raie K_γ.

Information supplémentaire

Les raies K_β et K_γ présentent elles aussi, à vrai dire, une structure fine due à la structure fine des couches M et N. La décomposition est néanmoins si faible qu'elle ne peut pas être observée avec les moyens disponibles. Les valeurs moyennes pondérées des différentes raies de cette sous-structure sont données dans le tab. 1.

Bibliographie

[1] C. M. Lederer and V. S. Shirley, Table of Isotopes, 7 th Edition, 1978, John Wiley & Sons, Inc., New York, USA.